

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **54083912 A**

(43) Date of publication of application: **04.07.79**

(51) Int. Cl

**C11D 10/02**

**//(C11D 10/02 , C11D 1/722 , C11D 3/37 )**

(21) Application number: **52151679**

(22) Date of filing: **19.12.77**

(71) Applicant: **LION CORP**

(72) Inventor: **OKUMURA OSAMU  
SAKATANI TAKENOB  
WATANABE YOSHIYUKI  
UCHIDA AKIO**

(54) DETERGENT COMPOSITION FOR AUTOMATIC  
DISH WASHER

(57) Abstract:

PURPOSE: The title detergent composition capable of washing dishes without leaving water spots on the dishes, consisting of a dimethylpolysiloxane and a specific nonionic surface active agent.

propylene oxide; n is 0W50; m is 3W100; l is 1W4; when l=1, A is 4W18C alkoxy or 6W15C alkylphenoxy, when l=2, A is a group shown by the formula II or III (K is 10W25, h is 10W70), when l=3, a is glyceroxy, when l=4, A is the group shown by the formula IV] is blended with (B) a dimethylpolysiloxane shown by the formula V in a weight ratio of the ingredient A to B of 1/1W100/1 to give the desired detergent composition.

CONSTITUTION: A) A nonionic surface active agent shown by the formula I: [EO is ethylene oxide; PO is

COPYRIGHT: (C)1979,JPO&Japio

## ⑫公開特許公報 (A)

昭54-83912

⑬Int. Cl.<sup>2</sup>  
 C 11 D 10/02 //  
 (C 11 D 10/02  
 C 11 D 1/722  
 C 11 D 3/37)

識別記号 ⑭日本分類  
 19 F 2

⑮内整理番号 ⑯公開 昭和54年(1979)7月4日  
 7419-4H  
 7419-4H  
 7419-4H  
 7419-4H

発明の数 1  
 審査請求 未請求

(全 5 頁)

## ⑭自動食器洗い機用洗浄剤組成物

⑮発明者 渡辺義行  
 松戸市上矢切255  
 同 内田彰男  
 千葉市高洲2-4-15-501  
 ⑯出願人 ライオン油脂株式会社  
 東京都墨田区横網1丁目2番22  
 号  
 ⑰代理人 弁理士 月村茂 外1名

⑭特願 昭52-151679  
 ⑮出願 昭52(1977)12月19日  
 ⑯発明者 奥村統  
 船橋市八木ヶ谷町21番地ノ41  
 同 阪谷武信  
 千葉市桜木町533-73

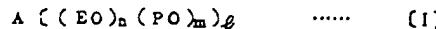
## 明細書

## 1. 発明の名称

自動食器洗い機用洗浄剤組成物

## 2. 特許請求の範囲

1. 下記の一般式 [1] で示される非イオン界面活性剤(a)と、ジメチルポリシロキサン(b)とを、  
 $(a)/(b) = 1/1 \sim 100/1$  の重量比で含有することを特徴とする自動食器洗い機用洗浄剤組成物



但し、EOはエチレンオキサイドを、POはブロピレンオキサイドを示し、nは0～50の数、mは3～100の数、bは1～4の数であつて、

b=1の場合、Aは炭素数4～18の直鎖又は分岐アルコキシ基又は炭素数6～15のアルキルフェノオキシ基を示し、

b=2の場合、Aは $-O(CH_2CH_2O)_k-$   
 $CH_3$   
 又は $-O(CH_2CH_2O)_k-$ を示し(ここで

$$k = 1 \sim 25, b = 1 \sim 70$$

b=3の場合、Aはグリセロキシ基を示し、

b=4の場合、Aは $>NCH_2CH_2N<$ を示す

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は自動食器洗い機用洗浄剤組成物に関するものであつて、さらに詳しくは洗い上りの食器類にウォータースポットを実質的に残すことのない洗浄剤組成物に係る。

自動食器洗い機用洗浄剤としては、アルカリ塩を主成分としたアルカリ性洗浄剤と、酵素(アミラーゼ、プロテアーゼ、リバーゼ等)を配合した中性乃至弱アルカリ性洗浄剤とが知られている。しかし、これら従来の洗浄剤を使用した場合には、ガラス製の食器類に所謂ウォータースポットが残り、洗浄用水に硬度の高い水を用いた際には、この傾向が特に著しい。

ウォータースポットの残留は清潔感を損うのは当然であつて、このために従来は特殊な非イ

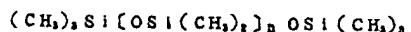
オン界面活性剤を含有するすすぎ剤を用いて洗浄後の食器類からウォータースポットを除くこととさえ行なわれている。しかしながら、すすぎ剤の使用は、すすぎ剤自体の発泡性が大きいため、自動食器洗い機の水の噴射力を低下させる点で好ましくなく、またすすぎ上りの食器類の表面に、非イオン界面活性剤によるものと思われる“垂り”が生ずる欠点があつた。

而して本発明は洗浄用水に硬度の低い水道水(約3°DH)を用いた場合には勿論、比較的硬度の高い水を用いた場合でも、ウォータースポットを実質的に残すことなく、食器を清潔に洗浄できる自動食器洗い機用洗浄剤組成物を提供するものであつて、当該組成物の特徴点は、下記の一般式(1)で示される非イオン界面活性剤(a)と、ジメチルポリシロキサン(b)とを、(a)/(b)=1/1~100/1の重量比で含有している点にある。



但し、EOはエチレンオキサイドを、POはプロピレンオキサイドを示し、nは0~50

水酸化カリウム等のアルカリ触媒の存在下に付加させることにより、常法通り製造することができる。また本発明で使用されるジメチルポリシロキサン(b)は、

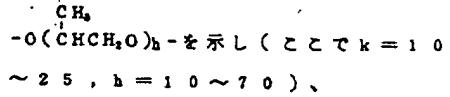


で示される線状ジメチルポリシロキサンであつて、式中のnは20~1500であることが本発明では好ましい。この線状ジメチルポリシロキサンは、ジクロルジメチルシランとクロルトリメチルシランの混合物を、エーテル溶液中で加水分解するか、あるいはオクタメチルシクロテトラシロキサンとヘキサメチルジシロキサンとの混合物を、硫酸等の触媒の存在下に開環重合させることにより製造することができる。

本発明に係る洗浄剤組成物は、上記した非イオン界面活性剤(a)とジメチルポリシロキサン(b)を、(a)/(b)=1/1~100/1の重量比範囲で含有することを必須要件とし、この要件を満足しない組成物には、一応の洗浄効果を期待できるものの、ウォータースポットの残留を防止する効

特開昭54-83912(2)  
の数、nは3~100の数、bは1~4  
の数であつて、

b=1の場合、Aは炭素数4~18の直鎖又は分岐アルコキシ基又は炭素数6~15のアルキルフェノオキシ基を示し、  
b=2の場合、Aは-O(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>k</sub>-又は



b=3の場合、Aはグリセロキシ基を示し、

b=4の場合、Aは>NCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>N<を示す。

本発明の非イオン界面活性剤(a)は、その末端がプロピレンオキサイドである活性剤であつて、所望の炭素数を有するアルコール又はアルキルフェノール(b=1の場合)、エチレンオキサイド又はプロピレンオキサイド(b=2の場合)、グリセリン(b=3の場合)、エチレンジアミン(b=4の場合)等に、エチレンオキサイドとプロピレンオキサイドを水酸化ナトリウム、

果は、殆どこれを期待することができない。しかしながら、上記の必須要件が満足される限り、本発明の洗浄剤組成物には、必要に応じて、硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム等の中性塩のほか、珪酸ナトリウム(SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O=0.5~3.5)、トリポリ磷酸ナトリウム、ビロ磷酸ナトリウム、アルカリ金属炭酸塩、クエン酸塩、グルコン酸塩等のビルダー類、アミラーゼ、プロテアーゼ、リバーゼ等の酵素類、チオ硫酸ナトリウム、チオ尿素等の還元剤類、ソルビタン等の乳化剤、さらには過炭酸ナトリウム、過ホウ酸ナトリウム、ジクロルイソシアヌル酸塩等の漂白剤を任意に添加することができる。

以上の通り、本発明の洗浄剤組成物は特殊な非イオン界面活性剤とジメチルポリシロキサンを特定な割合で含有しているが故に、これを用いて自動食器洗い機で洗浄した食器類は、用水の硬度が比較的高くても、ウォータースポットが残ることが殆どなく、従つて本発明の洗浄剤組成物を使用すれば、従来の如くすすぎ剤を使

用する要がない。

進んで実施例を示して本発明をさらに具体的に説明するが、それに先立ち各実施例で採用した洗浄条件、ウォータースポット評価法並びに洗浄性能評価法を以下に示す。

#### 洗浄条件

使用洗い機：洗浄剤溶液が回転ノズルから噴射され、その噴射軌道上面に設置された食器類を洗浄する形式の全自动食器洗い機

洗浄温度：25°Cから50°Cまで徐々に昇温する。

洗浄用水：硬度3°DH又は10°DH

洗浄時間：30分

#### ウォータースポット評価法

清浄ガラス板(5cm×20cm)3枚を前記の全自动食器洗い機に収めて洗浄し、水ですすいで乾燥後、ウォータースポット数を数える。

#### 洗浄性能評価法

清浄な皿に米飯2gを強固に付着させた後、

特開昭54-83912(3)

室温で30分間風乾した皿4枚を全自动食器洗い機で洗浄し、しかる後皿の汚垢付着面をヨード反応で呈色させ、呈色の程度を目視判定することにより、酸性汚垢に対する洗浄性能を評価する。同様にして、清浄な皿に牛脂2gを付着させた後、室温で30分間風乾した皿4枚を全自动食器洗い機で洗浄し、しかる後皿の汚垢付着面をオイルレッド(0.1% EtOH溶液)で着色し、着色の程度を目視判定することにより、油汚垢に対する洗浄性能を評価した。

#### 実施例1

ジメチルポリシロキサンの含有量の増減を炭酸ナトリウムでバランスさせた下記の組成の洗浄剤にて、清浄ガラス板を洗浄し、ガラス板に残留するウォータースポット数を測定した。結果を表1に示す。

ブタノールのプロピレンオキサイド付加物(平均付加モル数=20)	5 wt%
オルト珪酸ナトリウム	40 wt%
第三磷酸ナトリウム	20 wt%

ジメチルポリシロキサン  
(重合度=100)

0~6 wt%

炭酸ナトリウム

バランス

表 1

実験番号	ジメチルポリシロキサン 含有量 (wt%)	洗浄用水 硬度(°DH)	ウォータースポット数 (個)
1	0.05	3	6
2	0.05	10	7
3	0.5	3	4
4	0.5	10	5
5	1	3	3
6	1	10	4
7	3	3	3
8	3	10	4
9	5	3	6
10	5	10	8
11	0	3	15
12	0	10	20
13	6	3	14
14	6	10	19
15*	1	3	22
16*	1	10	25

\*実験番号15, 16では、ブタノールのプロピレンオキサイド付加物に代えて、ブタノールのプロピレンオキサイド及びエチレンオキサイド付加物(平均付加モル数PO=20, EO=5)を5 wt%の量で使用した。

表1に示す結果は、本発明の自動食器洗い機用洗浄剤組成物にとつて、前掲の一般式[1]で示される非イオン界面活性剤(a)とジメチルポリシロキサン(b)の配合割合が重要なことを裏付けるものであつて、(a)/(b)の重量比が本発明で特定した範囲を外れる実験番号11~16では、ウォータースポットの残留数が多いのに対し、(a)/(b)の重量比が本発明の範囲内である実験番号1~10では、用水硬度の高低に係わらず、残留ウォータースポットを少数に抑えることができた。また実験番号1~16で使用した各洗浄剤についてその洗浄性能を評価したところ、何れも酸性汚垢に対しては93%の、油汚垢に対しては100%の洗浄性能を示した。

#### 実施例2

表 2

実験番号	ジメチルポリシロキサン含有量 (wt%)	洗浄用水硬度 (°DH)	ウォータースポット数 (個)
17	0.05	3	6
18	0.05	10	7
19	0.5	3	4
20	0.5	10	5
21	1	3	3
22	1	10	4
23	3	3	4
24	3	10	5
25	5	3	6
26	5	10	8
27	0	3	16
28	0	10	21
29	6	3	15
30	6	10	20
31*	1	3	23
32*	1	10	26

\* 実験番号 31, 32 では、2-エチルヘキサノールのプロピレンオキサイド付加物に代えて、2-エチルヘキサノールのプロピレンオキサイド及びエチレンオキサイド付加物 (平均付加モル数 PO = 30, EO = 10) を 5 wt% の量で使用した。

表 2 の結果からも実施例 1 と同様な結論を導くことができ、(a)/(b) の重量比が本発明の範囲を逸脱する実験番号 27 ~ 32 では、極めて多数のウォータースポットが残留することが解る。また実験番号 17 ~ 32 で使用した各洗浄剤についてその洗浄性能を評価したところ、何れも油汚垢に対しては 93 % の、油汚垢に対しては 100 % の洗浄性能を示した。

## 実施例 3

表 3 に示す如き組成を有する本発明の洗浄剤組成物と硬度 3 °DH の洗浄用水を用いて、実施例 1 と同様な洗浄試験を行なつた。試験結果を、洗浄剤の組成の詳細と共に表 3 に示す。

(以下余白)

表 3

組成 (wt%)	実験番号									
	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42
C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> O(PO) <sub>10</sub>	5						5			
C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> O(EO) <sub>10</sub> (PO) <sub>10</sub>		5						5	5	5
C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> O(PO) <sub>10</sub>			5							
C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> O(EO) <sub>10</sub> (PO) <sub>10</sub>				5						
*EDA(PO) <sub>10</sub>					5				5	
(EO) <sub>10</sub> (PO) <sub>10</sub>						5				
東洋信越シリコーン KM72-2F	0.5	0.5	1	0.5	1	1				
東洋信越シリコーン KM68-2F							1	1	1	1
メタ珪藻ナトリウム	40	20	40	20			40		60	
オルソ珪藻ナトリウム		20		20	40	40		40		
第三珪藻ナトリウム	20	30	30	30	30	30	20	30	20	
炭酸ナトリウム	24	14		14	24	14	24	14	14	
トリポリ珪藻ナトリウム	10		24			10		10		
ビロ珪藻ナトリウム		10		10			10		50	
硫酸ナトリウム										335
チオ硫酸ナトリウム										0.5
アミラーゼ										5
プロテアーゼ										5
ウォータースポット (個)	3	4	5	4	3	3	4	3	3	6

\* EDA は  $>\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}<$  を示す

\*\* 東洋信越化学工業(株)製のシリコーン油

## 手続補正書

昭和53年2月10日

特許庁長官 熊谷善二 殿

## 1. 事件の表示

昭和52年特許願第151679号

## 2. 発明の名称

自動食器洗い機用洗浄剤組成物

## 3. 補正をする者

特許出願人

東京都墨田区横網1丁目2番22号

(692)ライオン油脂株式会社

代表者 小林 宏

## 4. 代理人

東京都千代田区麹町4丁目5番地(〒102)

弁理士(6513)月村 茂 外1名

電話東京(263)3861~3

## 5. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

## 6. 補正の内容

- (1) 第10頁第11行の「実験No.11~16」を「実験No.11~14及び一般式[1]」で示される非イオン界面活性剤を使用していない実験No.15, 16に改める。
- (2) 第13頁第3行の「実験No.27~32」を「実験No.27~30及び一般式[1]」で示される非イオン界面活性剤を使用していない実験No.31, 32に改める。

以上